

(4)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-246709

(43) 公開日 平成10年(1998) 9月14日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

F I

G 0 1 N 23/04

G 0 1 N 23/04

H 0 1 J 37/22

5 0 1

H 0 1 J 37/22

5 0 1 A

37/26

37/26

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号

特願平9-48202

(22) 出願日

平成9年(1997) 3月3日

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72) 発明者 谷口 佳史

茨城県ひたちなか市大字市毛882番地 株

式会社日立製作所計測器事業部内

(72) 発明者 砂子沢 成人

茨城県ひたちなか市大字市毛882番地 株

式会社日立製作所計測器事業部内

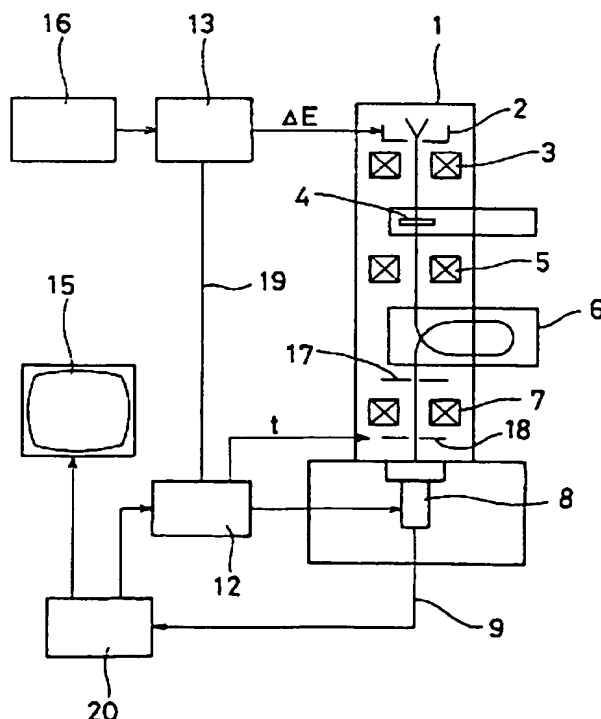
(74) 代理人 弁理士 平木 祐輔

(54) 【発明の名称】 透過型電子顕微鏡及び元素分布観察方法

(57) 【要約】

【課題】 ノイズを強調したりせずに元素分布像を実時間観察する。

【解決手段】 目的の元素のコアロスエネルギーを E_c 、エネルギー選択スリットの幅を ΔE とする。まず、電子銃2の加速電圧を $E_c - \Delta E$ だけ増加させたブリエッジ像と、 $E_c - 2\Delta E$ だけ増加させたプリブリエッジ像を同じ露光時間で撮影し、その強度比 R を求める。次に、加速電圧を E_c だけ増加させたポストエッジ像を露光時間 t_{pre} で撮影し、ブリエッジ像を露光時間 $R \times t_{pre}$ で撮影する。コンピュータ20内でポストエッジ像からブリエッジ像を単純に画像の引き算を行うことにより、目的の元素分布像を得る。



BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 エネルギーフィルタを備えた透過型電子顕微鏡によって撮像されたコアロス電子を含むエネルギー領域の像とコアロス電子を含まないエネルギー領域の像の画像間減算によって特定元素の元素分布像を得る元素分布観察方法において、

前記コアロス電子を含まないエネルギー領域の像の露光時間を前記コアロス電子を含むエネルギー領域の像の露光時間よりも短く設定することを特徴とする元素分布観察方法。

【請求項 2】 前記コアロス電子を含まないエネルギー領域の像の露光時間と前記コアロス電子を含むエネルギー領域の像の露光時間の比は、前記コアロス電子を含まないエネルギー領域の像強度と前記コアロス電子を含むエネルギー領域の像のバックグラウンド像強度の強度比の逆数に略等しいことを特徴とする請求項 1 記載の元素分布観察方法。

【請求項 3】 前記コアロス電子を含むエネルギー領域の像の露光時間は、前記コアロス電子を含まないエネルギー領域の像の露光時間に、前記コアロス電子を含まないエネルギー領域の像強度と、前記コアロス電子を含まないエネルギー領域よりもさらに低エネルギーロス領域の像強度の比を乗算したものに略等しいことを特徴とする請求項 1 記載の元素分布観察方法。

【請求項 4】 電子銃と、前記電子銃から射出された電子線を試料に照射する照射電子光学系と、試料を通過した電子線を結像する結像電子光学系と、前記試料透過後の電子線をエネルギー分光するエネルギーフィルタと、エネルギー分光された電子線のうち特定のエネルギーを有する電子線のみを選択する手段と、エネルギー選択された電子線による像を撮像する撮像手段と、撮像手段による露光時間を制御する露光制御手段とを備える透過型電子顕微鏡において、

前記露光制御手段は、コアロス電子を含まないエネルギー領域の像の露光時間をコアロス電子を含むエネルギー領域の像の露光時間よりも短く設定することを特徴とする透過型電子顕微鏡。

【請求項 5】 電子銃と、前記電子銃から射出された電子線を試料に照射する照射電子光学系と、試料を通過した電子線を結像する結像電子光学系と、前記試料透過後の電子線をエネルギー分光するエネルギーフィルタと、エネルギー分光された電子線のうち特定のエネルギーを有する電子線のみを選択する手段と、エネルギー選択された電子線による像を撮像する撮像手段とを備える透過型電子顕微鏡において、

前記撮像手段によって撮像されたエネルギー選択像を記憶する複数の記憶領域と、前記複数の記憶領域を周期的に選択し選択された記憶領域に前記撮像手段によって撮像された画像を記憶させる記憶領域選択手段と、前記記憶領域選択手段による記憶領域の選択と同期して電子線

の加速電圧を変更する加速電圧変更手段と、前記記憶領域選択手段による記憶領域の選択と同期して前記撮像手段の露光時間を変更する露光時間変更手段と、前記複数の記憶領域に記憶された画像を対応する画素毎に比較演算し画像強度の差分を画像信号として出力する出力手段とを備えることを特徴とする透過型電子顕微鏡。

【請求項 6】 前記出力手段から出力される画像信号は、バックグラウンド除去された特定元素の二次元分布像に相当することを特徴とする請求項 5 記載の透過型電子顕微鏡。

【請求項 7】 前記複数の記憶領域に記憶された画像はコアロス電子を含まないエネルギー領域の画像とコアロス電子を含むエネルギー領域の画像であり、前記露光時間変更手段は、前記コアロス電子を含まないエネルギー領域の画像の露光時間と前記コアロス電子を含むエネルギー領域の画像の露光時間の比を、前記コアロス電子を含まないエネルギー領域の像強度と前記コアロス電子を含むエネルギー領域の像のバックグラウンド像強度の強度比の逆数に略等しく設定することを特徴とする請求項 5 又は 6 記載の透過型電子顕微鏡。

【請求項 8】 前記複数の記憶領域に記憶された画像はコアロス電子を含まないエネルギー領域の画像とコアロス電子を含むエネルギー領域の画像であり、前記露光時間変更手段は、前記コアロス電子を含むエネルギー領域の画像の露光時間を、前記コアロス電子を含まないエネルギー領域の画像の露光時間に、前記コアロス電子を含まないエネルギー領域の像強度と、前記コアロス電子を含まないエネルギー領域よりもさらに低エネルギーロス領域の像強度の比を乗算したものに略等しく設定することを特徴とする請求項 5 又は 6 記載の透過型電子顕微鏡。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する利用分野】本発明は、透過型電子顕微鏡に係り、特に、試料を透過した電子線から特定のエネルギーを有する電子のみを分離して結像させることにより、微小領域の元素分布像を得ることのできるエネルギーフィルタを備えた透過型電子顕微鏡、及びその透過型電子顕微鏡を用いた元素分布の観察方法に関する。

【0002】

【従来の技術】透過型電子顕微鏡は、電子線、電子レンズを用いて試料像を拡大して観察する装置であり、試料の微細構造を同定するのに用いられる。また、エネルギーフィルタは、試料を透過した電子線を分光し、特定のエネルギーの電子のみを取り出す装置である。両者を組み合わせることにより、特定のエネルギーの電子のみの像が得られるようになる。

【0003】光軸の調整が完了したエネルギーフィルタを備えた電子顕微鏡では、光軸上にエネルギー選択スリットを挿入することにより弾性散乱電子のみの電子顕微

鏡像（ゼロロス像）が得られる。入射電子線の加速電圧を δE だけ増加させて観察すると、試料で δE だけエネルギーをロスした電子がエネルギーフィルタを通過した後、エネルギー選択スリットを通過する。従って、 δE だけエネルギーをロスした電子によるエネルギーフィルタ像は、ゼロロス像を撮像した時より電子線加速電圧を δE だけ増加することによって得られる。

【0004】試料を透過した電子は、プラズモンロス、コアロスなどの非弾性散乱によりエネルギーを失い、エネルギースペクトルを持つ。このうち、コアロスエネルギーは、試料構成元素に固有の値であり、特定のエネルギーロスを受けた電子のみで得られた透過型電子顕微鏡像は、試料構成元素に応じた2次元分布を示すことになる。しかしながら、非弾性散乱によるエネルギーロスは、広いエネルギー範囲に広がっており、他の元素の情報がバックグラウンドとして重なってくる。このバックグラウンドを分離、除去しなければ真の元素分布像は得られない。バックグラウンドの影響を分離、除去して特定元素の分布像を得る方法として、以下に示すような3種類の方法が主に提案されている。

【0005】第1の方法は、図2に示すように、コアロスエネルギーを含む領域にエネルギーウィンドウを設けて得られたエネルギーフィルタ像（ポストエッジ像）Bと、コアロスエネルギーの直前にエネルギーウィンドウを設けてコアロス電子が入らないようにしたエネルギーフィルタ像（プリエッジ像）Aの合計2枚の画像を用いる方法である。まず、これらの2枚の画像A、BをTVカメラなどの撮像装置を用いてコンピュータに入力する。そして、プリエッジ像Aがポストエッジ像Bのバックグラウンドであるとみなして、ポストエッジ像Bからプリエッジ像Aをコンピュータ内で画像減算することにより、バックグラウンドの影響を分離、除去して特定元素の二次元分布像を得ている。

【0006】第2の方法は、図3に示すように、前記第1の方法に用いた2枚のエネルギーフィルタ像B、C+Dに加えてコアロス電子を含まない領域で、かつ第1の方法のものとは異なるエネルギー領域にエネルギーウィンドウを設けて得られるエネルギーフィルタ像（プリプリエッジ像）Aの合計3枚の画像を用いる方法である。第1の方法と同様にまず、これらの3枚の画像A、B、C+DをTVカメラなどの撮像素子を用いてコンピュータに入力する。プリエッジ像Bとプリプリエッジ像Aより、エネルギーの変化に対するバックグラウンド強度の変化を、全画素に対しコンピュータを用いて求め、ポストエッジ像（C+D）の正確なバックグラウンド強度Cをやはり画像中の全画素に対し計算する。こうして得られたバックグラウンド強度Cを減算することで、バックグラウンドの影響を分離、除去して特定元素の二次元分布像Dを得ている。

【0007】第3の方法は、図4に示すように、前記第

1の方法と同じくポストエッジ像Bとプリエッジ像Aの2枚のエネルギーフィルタ像を用いる方法である。コアロス電子を含まない領域では、ロスエネルギーの変化に従って画像強度が一定の割合で減少していくと仮定できる。すなわち、特定元素のない領域ではポストエッジ像Bとプリエッジ像Aの画像強度比は一定となる。しかし、特定元素の存在する領域ではポストエッジ像とプリエッジ像の画像強度比はコアロス電子が存在する分だけ大きくなる。したがって、画素毎の画像強度比を画像中の全画素に対し計算し、二次元画像として表示することにより、特定元素の二次元分布像を得ている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】上記した第1の方法では、計算に用いるバックグラウンド強度と真のバックグラウンド強度の間に差がある。そのため計算処理は単純であるが定量性に欠けるという問題がある。

【0009】一方、第2の方法では、2枚の画像を用いて真のバックグラウンドを正確に求めることができるが、画像を3枚撮影しなければならない上、画像中の全画素について演算を行うので、処理時間が長くなる。この処理時間は、高性能コンピュータを用いても、最低でも約1分かかるという報告がある（木本浩司、平野辰巳、宇佐美勝久、砂子沢成人、田谷俊陸：日本電子顕微鏡学会第50回学術講演会予講集（1994）76）。このように一連の処理を終えるまでに相当な時間を要するのであれば、実験中に処理結果をフィードバックすることはできない。

【0010】第3の方法は、第1の方法同様2枚の画像ですむので簡単であるし、処理結果は回折コントラストなどの特殊なコントラストの影響を受けず、バックグラウンドの処理ミスによるアーティファクトがないという特長がある。しかし、定量性にかけるため、定性的な評価しかできないという問題がある。

【0011】第1の方法や第3の方法は、第2の方法に比べて演算時間は短い、時間的に連続して元素分布が変化する試料や、徐々に変形するような試料には適用が困難になる。試料がドリフトしている場合には、改めて位置合わせを施す操作等の演算を必要とする。しかも高性能コンピュータの導入は、コスト的に不利である。

【0012】エネルギーウィンドウの位置、幅は、最終像の像質、元素分布像の定量性を評価する上で重要な要因であり、実験中に最適条件に設定することが望まれる。実時間処理ができないときは、このような最適条件設定は、実験者の経験に頼らざるを得ず、技術的な困難を伴った。また、画像に含まれるノイズにより、バックグラウンドを計算する過程において各画素間に誤差が生じ、S/Nが低下するという問題点もあった。

【0013】なお、これらの方法で得た画像を高速に表示する方法として、特願平7-322721号にて提案した方法がある。この方法は、TVカメラやSSCCD

(スロースキャンCCD)カメラのような撮像手段の画像記録信号に同期してポストエッジ像とプリエッジ像を交互に得る。それらを2枚のフレームメモリに周期的に記憶していく。画像演算はこの2枚のフレームメモリに対し画素毎に行うが、演算結果はそのまま新しい画像信号として出力される。演算を行う際に減算処理または除算処理を選択することで第1の方法または第3の方法を実現し、かつ画像強度をある決まった定数を乗算しておいて減算処理をすることで第2の方法を実現できる。処理は周期的に連続して行うことができるので、この方法によると特定元素の二次元分布像を実時間で観察できる。

【0014】この高速元素分布表示に関する技術は、前記した問題を解決する方法の一つであるが、画像強度を一定の割合で変化させる手段を設ける必要がある。また、すべての画像で共通の平均強度を持つはずの読み出しノイズも画像処理の対象であり、アーティファクトを発生させる原因になる。読み出しノイズは画像の明るさや撮影時の露光時間に依存しない一定のノイズレベルである。従って、画像間演算、特に画像間減算をするときは消えるはずのノイズレベルが残存してしまうことがある。

【0015】本発明の目的は、上記した問題点を解決し、エネルギーフィルタを装備した透過型電子顕微鏡を用いて特定の元素の分布像を観察する方法及び装置を提供することにある。

【0016】

【課題を解決するための手段】本発明では、以下のような手段を講じることによって前記目的を達成する。

(1) ポストエッジ像とプリエッジ像を撮影するときに、露光時間を変化させる。露光時間はプリエッジ像強度と、ポストエッジ像のバックグラウンド像強度が同じレベルになるように決定する。このような構成によれば、プリエッジ像はポストエッジ像のバックグラウンド像となり、画像間減算のみで定量的な元素分布像が得られるようになる。また、画像を得る段階ですでに前記第2の方法に基づくバックグラウンド計算が完了しているので、読み出しノイズの画像間の差異はなくなる。

【0017】(2) 周期的に露光時間を変化させながらポストエッジ像とプリエッジ像の撮影をくり返し、ポストエッジ像からプリエッジ像を減算した強度を画像信号として出力する。このような構成によれば、時間の経過に沿って元素分布像を得られるようになり、時間的に連続的に元素分布が変化していたり、ドリフトしている場合でも元素分布を確認できるようになる。試料の位置だけでなく、エネルギーウィンドウの位置や幅は、元素分布像を時間の経過に沿って観察しながら設定できるので、最適条件への設定が容易となる。この際、得られた画像信号を逐一出力する場合はもちろん、一定時間毎に画像を出力するものであっても上記したような作用を得

ることができる。

【0018】すなわち、本発明による元素分布観察方法は、エネルギーフィルタを備えた透過型電子顕微鏡によって撮像されたコアロス電子を含むエネルギー領域の像とコアロス電子を含まないエネルギー領域の像の画像間減算によって特定元素の元素分布像を得る元素分布観察方法において、コアロス電子を含まないエネルギー領域の像の露光時間をコアロス電子を含むエネルギー領域の像の露光時間よりも短く設定することを特徴とする。

【0019】コアロス電子を含まないエネルギー領域の像の露光時間とコアロス電子を含むエネルギー領域の像の露光時間の比は、コアロス電子を含まないエネルギー領域の像強度とコアロス電子を含むエネルギー領域の像のバックグラウンド像強度の強度比の逆数に略等しいものとする。

【0020】あるいは、コアロス電子を含むエネルギー領域の像の露光時間は、コアロス電子を含まないエネルギー領域の像の露光時間に、コアロス電子を含まないエネルギー領域の像強度と、コアロス電子を含まないエネルギー領域よりもさらに低エネルギーロス領域の像強度の比を乗算したものに略等しいものとする。

【0021】また、本発明は、電子銃と、電子銃から射出された電子線を試料に照射する照射電子光学系と、試料を通過した電子線を結像する結像電子光学系と、試料透過後の電子線をエネルギー分光するエネルギーフィルタと、エネルギー分光された電子線のうち特定のエネルギーを有する電子線のみを選択する手段と、エネルギー選択された電子線による像を撮像する撮像手段と、撮像手段による露光時間を制御する露光制御手段とを備える透過型電子顕微鏡において、露光制御手段は、コアロス電子を含まないエネルギー領域の像の露光時間をコアロス電子を含むエネルギー領域の像の露光時間よりも短く設定することを特徴とする。

【0022】また、本発明は、電子銃と、電子銃から射出された電子線を試料に照射する照射電子光学系と、試料を通過した電子線を結像する結像電子光学系と、試料透過後の電子線をエネルギー分光するエネルギーフィルタと、エネルギー分光された電子線のうち特定のエネルギーを有する電子線のみを選択する手段と、エネルギー選択された電子線による像を撮像する撮像手段とを備える透過型電子顕微鏡において、撮像手段によって撮像されたエネルギー選択像を記憶する複数の記憶領域と、複数の記憶領域を周期的に選択し選択された記憶領域に撮像手段によって撮像された画像を記憶させる記憶領域選択手段と、記憶領域選択手段による記憶領域の選択と同期して電子線の加速電圧を変更する加速電圧変更手段と、記憶領域選択手段による記憶領域の選択と同期して撮像手段の露光時間を変更する露光時間変更手段と、複数の記憶領域に記憶された画像に対応する画素毎に比較演算し画像強度の差分を画像信号として出力する出力手

段とを備えることを特徴とする。

【0023】前記複数の記憶領域に記憶された画像はコアロス電子を含まないエネルギー領域の画像とコアロス電子を含むエネルギー領域の画像であり、露光時間変更手段は、コアロス電子を含まないエネルギー領域の画像の露光時間とコアロス電子を含むエネルギー領域の画像の露光時間の比を、コアロス電子を含まないエネルギー領域の像強度とコアロス電子を含むエネルギー領域の像のバックグラウンド像強度の強度比の逆数に略等しく設定する。

【0024】また、露光時間変更手段は、コアロス電子を含むエネルギー領域の画像の露光時間を、コアロス電子を含まないエネルギー領域の画像の露光時間に、コアロス電子を含まないエネルギー領域の像強度と、コアロス電子を含まないエネルギー領域よりもさらに低エネルギー領域の像強度の比を乗算したものに略等しく設定する。本発明の透過型電子顕微鏡を用いると、バックグラウンド除去された特定元素の二次元分布像を得ることができる。

【0025】

【発明の実施の形態】以下、図面を参照して本発明の実施の形態を詳細に説明する。図1は、本発明による透過型電子顕微鏡の一例のブロック図である。1はエネルギーフィルタを装備した透過型電子顕微鏡である。電子銃2から射出された電子線は、高圧タンク16により発生された高電圧により加速され、照射電子光学系3により試料4上に照射される。大部分の電子線はエネルギーを失わずに試料4を透過するが、非弾性散乱により試料構成元素に応じたエネルギーを失った電子線は、結像光学系5を通過した後、エネルギーフィルタ6で分光され、エネルギー選択スリット17上にエネルギースペクトルを生じる。ゼロロス電子のみがエネルギー選択スリット17を通過するように透過型電子顕微鏡1を調整しておけば、最終結像系7により結像されたゼロロス像がTVカメラ等の撮像装置8により観察される。

【0026】次に、加速電圧制御装置13により加速電圧を δE だけ増加させると、試料4でエネルギーを δE だけ失った電子がエネルギーフィルタ6でエネルギー分光された後、エネルギー選択スリット17を通過するようになる。従って、撮像装置8には δE だけエネルギーをロスした電子によるエネルギーフィルタ像が観察される。

【0027】カメラコントローラ12は、撮像装置8の露光時間 t を制御することができる。露光時間 t の制御は、電子線シャッター18を用いてもよいし、カメラの蓄積時間を直接制御してもよい。撮像装置8によって得られた映像信号9は、制御用コンピュータ20のメモリに保存される。制御用コンピュータ20は、カメラコントローラ12を通じてフレーム信号19を加速電圧制御装置13に送り、ロスエネルギーを設定する。求める元素のコアロス電子を含んだポストエッジ像とコアロスエ

ネルギーの直前のプリエッジ像を撮影し、制御用コンピュータ20で画像演算を行い、元素分布像をCRTモニタ15に表示する。

【0028】求める元素分布像の表示は以下のようなステップで行う。目的の元素のコアロスエネルギーを E_c 、エネルギー選択スリットの幅を ΔE とすると、コアロス電子を含むポストエッジ像は加速電圧を E_c だけ増加させることにより得られる。同様に、プリエッジ像は加速電圧を $E_c - \Delta E$ だけ増加させることにより得られ、プリプリエッジ像は加速電圧を $E_c - 2\Delta E$ だけ増加させることにより得られる。

【0029】まず、プリエッジ像とプリプリエッジ像を同じ露光時間で撮影し、その強度比 R を求める。通常、プリプリエッジ像の方が明るいので $R < 1$ となることが多い。次に、ポストエッジ像を露光時間 t_{pre} で撮影し、プリエッジ像を露光時間 $R \times t_{pre}$ で撮影する。このようにして得られたプリエッジ像の強度は、ポストエッジ像に含まれるバックグラウンド強度と等しくなる。したがって、ポストエッジ像からプリエッジ像を単純に画像の引き算を行うことにより、目的の元素分布像を得ることができる。

【0030】この方法は、高速に元素分布像を得る方法にも応用することができる。前述の特願平7-322721号に示された方法では、プリエッジ像の画像強度を電気回路を用いて減衰させているが、同様の効果は本発明による露光時間を制御することにより得られるので、実時間観察にも容易に展開することができる。

【0031】この方式による実時間観察方法のブロック図を図5に示す。図5において図1と同じ機能部分には図1と同じ符号を付し、その詳細な説明を省略する。撮像装置8からの制御信号に含まれている同期信号又は撮像装置8からの映像信号9に含まれている同期信号を用いて、一枚一枚の画像をフレームメモリ選択器10により分離することができる。分離された一枚一枚のエネルギーフィルタ像は複数枚のフレームメモリ11a、11bに順次記憶される。図5にはフレームメモリを2枚示したが、3枚以上あってもかまわない。フレームメモリ選択器10は、前記同期信号を用いて、複数枚あるフレームメモリ11a、11bから1枚を周期的に選択してエネルギーフィルタ像を記憶する。

【0032】また、フレームメモリ選択器10は露光時間制御装置12と加速電圧制御装置13もコントロールしており、フレームメモリ11aを選択する時には加速電圧を δE_1 だけ増加させ、露光時間を t_1 に設定する。フレームメモリ11bを選択する時には加速電圧を δE_2 だけ増加させ、露光時間を t_2 に設定する。従ってフレームメモリ11aには δE_1 のエネルギーをロスしたフィルタ像が入力され、フレームメモリ11bには δE_2 のエネルギーをロスしたフィルタ像が入力されるようになる。画像強度は露光時間に比例するので、両画像の強

度比は t_1 と t_2 を適当に設定することにより、任意の値を取ることができる。加速電圧の高速な制御や露光時間の制御は周知の制御手段を用いて行うことができる。露光時間の制御は透過型電子顕微鏡1の電子線シャッター18のシャッター速度を変化させることで行ってもよいし、撮像装置8の画像蓄積時間を変化させることで行ってもよい。画像減算器14は、フレームメモリ11aの画像からフレームメモリ11bの画像を減算した結果を連続してモニタ15に出力する。

【0033】次に、コアロスエネルギーが δE である試料構成元素の分布の観察の手順を、図5とともに図6に示すタイムチャートを用いて説明する。ここでは撮像装置としてNTSC方式のTVカメラを用い、電子線シャッター18の開閉時間を調整することにより、画像蓄積時間を制御するものとする。

【0034】(1) 露光時間制御装置12は、電子線シャッター18を制御することにより、撮像装置8の画像蓄積時間 t_1 、 t_2 を周期的に設定する。フレームメモリ選択器10は、撮像装置8から連続的に出力される映像信号9をフレーム毎に分離し、偶数フィールド(even)の時にハイレベルとなる信号を作成する。この信号をフィールド信号と呼ぶことにする。

【0035】(2) エネルギー選択スリット17によって選択されるエネルギーウィンドウの幅を ΔE に設定する。この段階ではロスエネルギーが0から ΔE までの電子線がエネルギー選択スリット17を通過し、ゼロロス像が観察される。

【0036】(3) 前記フィールド信号の立ち下がりに同期させて加速電圧を変調する。変調電圧は、 $\delta E - \Delta E$ と、 $\delta E - 2\Delta E$ である。これらの加速電圧変調により、第2の方法による元素分布観察方法に示すB(プリエッジ像)、及びA(プリプリエッジ像)に相当するエネルギーウィンドウを選択することになる。ただし、各画素間の電荷蓄積時刻にずれがあるので変調は2フレーム毎に行う。

【0037】(4) フレームメモリ選択器10を用いて、映像信号9の画像データを第1フレームメモリ11aと第2フレームメモリ11bに交互に割り振る。各フレームメモリには、加速電圧に変調を加えた直後のフレームは破棄し、2フレーム目の画像データを入力するようにする。 $\delta E - \Delta E$ から δE のエネルギーロス像(プリエッジ像)が第1フレームメモリ11aに、 $\delta E - 2\Delta E$ から $\delta E - \Delta E$ のエネルギーロス像(プリプリエッジ像)が第2フレームメモリ11bに入力されるようになる。

【0038】(5) プリエッジ像とプリプリエッジ像には強度差があるので、画像減算器14によって出力される減算画像(B-A)には両者の強度差に対応するコントラストが残存する。露光時間制御装置12は、電子線シャッター18の開閉時間を制御し、このコントラスト

が消失するように前記画像蓄積時間 t_1 、 t_2 を決定する。電子線シャッター18の開け閉めのタイミングは図6に示したように行う。この操作により、1フレーム時間(1/30秒)と電子線シャッターの空いている時間の比率Rに応じてプリプリエッジ像強度が減衰し、エネルギーの違いによるバックグラウンドの変化が補正される。Rの値は0から1まで任意に設定できる。R=0の時はプリプリエッジ像は記録されない。R=1の時はプリプリエッジ像強度の減衰が無い。

【0039】(6) こうして画像蓄積時間 t_1 、 t_2 が決定された後、電子顕微鏡の加速電圧を全体に ΔE だけ増加する。すると、 δE から $\delta E + \Delta E$ のエネルギーロス像(ポストエッジ像)がフレームメモリ11aに、 $\delta E - \Delta E$ から δE のエネルギーロス像(プリエッジ像)がフレームメモリ11bに入力されるようになる。ポストエッジ像は、図3の(C+D)に対応する。電子線シャッター18による露光時間の調整が完了しているので、像強度が減衰されたロス像Bは、ロス像(C+D)の正確なバックグラウンドCと同等な画像となる。従って画像減算器14によって出力される減算画像(C+D-B)は、前記第2の方法による目的元素の二次元分布像Dである。

【0040】フレームメモリ11a及び11bへの入力を2ビデオフレームレート(2/30秒)毎に行っているため、モニタ15上には減算画像が2/30秒毎に出力され、目的とする元素の二次元分布が実時間で観察される。したがって、この観察方法は、時間的に連続的に変化する試料や、徐々に変形するような試料に対しても適用可能である。たとえ試料がドリフトしている場合でも、処理において改めて位置合わせを施す操作は必要ない。

【0041】スロースキャンCCDカメラは通常のTVカメラよりも画素数が多く、ダイナミックレンジも広い。撮像装置8としてスロースキャンCCDカメラを選んだ場合、電子顕微鏡像観察や、デジタル画像処理に有効である。撮像素子への露光時間は数分の1秒から数秒まで自由に選択できる。本発明にスロースキャンCCDカメラを採用すれば、通常のTVカメラを用いた場合のような実時間観察はできないが、長くとも数秒で処理が完結する。通常のTVカメラとスロースキャンCCDカメラの両方を装備すれば、通常のTVカメラで調整、試料探し、最適条件設定などを行い、スロースキャンCCDカメラで保存するためのデータを取ることも可能である。

【0042】撮像装置8としてCCDを用いた場合、本発明の効果はCCDのタイプによらない。すなわち、インターライン型CCDであってもフレーム転送型CCDであっても同様の効果が得られる。撮像装置としてイメージングプレートや高感度フィルムを用いても同様である。イメージングプレートで撮影すると直接デジタルデ

ータとなるので画像処理に向いている。フィルムを用いて撮影した場合でも、スキャナーなどでデジタル化して画像処理を行える。

【0043】また、図5の例では2枚のフレームメモリ11a, 11bを使用した。しかし、フレームメモリは必ずしも2枚使用する必要はなく、1枚のフレームメモリを使用するだけでも本発明を実施することができる。その場合には、比較する2枚の画像のうちの一方をフレームメモリを介して画像減算器14に入力し、他の画像は撮像装置8から直接画像減算器14に入力する構成とする。

【0044】この例に示したエネルギーフィルタ6はインコラム型であり、透過型電子顕微鏡1の鏡体の中に位置しているが、本発明は、透過型電子顕微鏡の最終像面に降に位置するポストコラム型エネルギーフィルタを用いた場合にも適用できる。

【0045】

【発明の効果】上記したように、本発明によれば以下のような効果が達成される。

(1) これまでは3枚の画像を撮影して元素分布像を得ていたが、2枚の画像の画像間減算のみで定量的な元素分布像が得られるようになる。

(2) 画像を得る段階ですでに第2の方法に基づくバックグラウンド計算が完了しているので、読み出しノイズの画像間の差異はなくなる。

【0046】(3) 実時間観察への応用も可能であり、時間の経過に沿って元素分布像を得られるようになるため、時間的に連続的に元素分布が変化していたり、ドリ

フトしている場合でも元素分布を確認できるようになる。

(4) エネルギーウィンドウの位置や幅は、元素分布像を時間の経過に沿って観察しながら設定できるので、最適条件への設定が容易となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による透過型電子顕微鏡のブロック図。

【図2】第1の方法による特定元素の元素分布像計算方法の説明図。

【図3】第2の方法による特定元素の元素分布像計算方法の説明図。

【図4】第3の方法による特定元素の元素分布像計算方法の説明図。

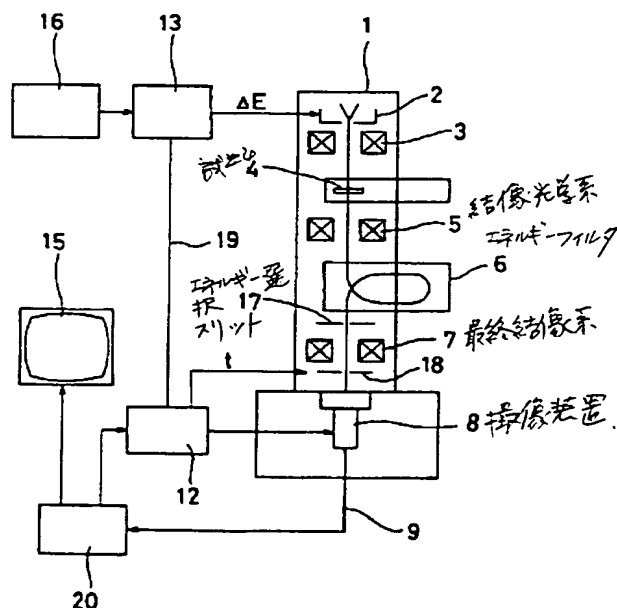
【図5】実時間観察を行うための透過型電子顕微鏡のブロック図。

【図6】実時間観察の処理の流れを表すタイムチャート。

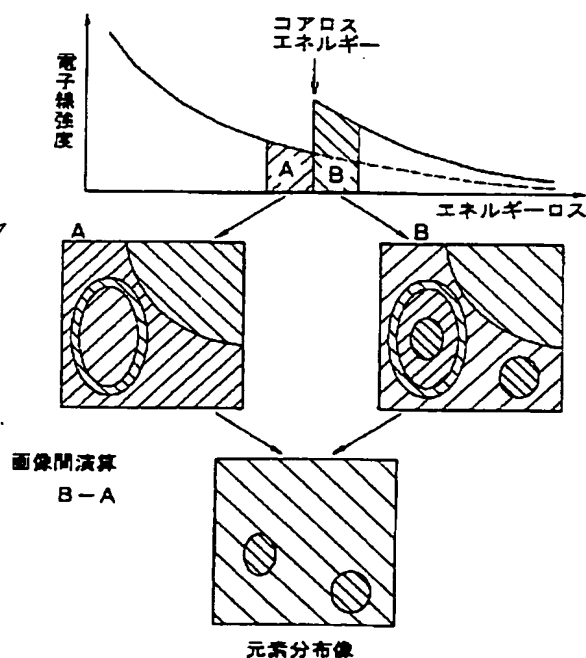
【符号の説明】

1…エネルギーフィルタを装備した透過型電子顕微鏡、2…電子銃、3…照射電子光学系、4…試料、5…結像光学系、6…エネルギーフィルタ、7…最終結像系、8…撮像装置、9…映像信号、10…フレームメモリ選択器、11…フレームメモリ、12…カメラコントローラ、13…加速電圧制御装置、14…画像減算器、15…CRTモニタ、16…高圧タンク、17…エネルギー選択スリット、18…電子線シャッター、19…フレームメモリ信号、20…制御用コンピュータ

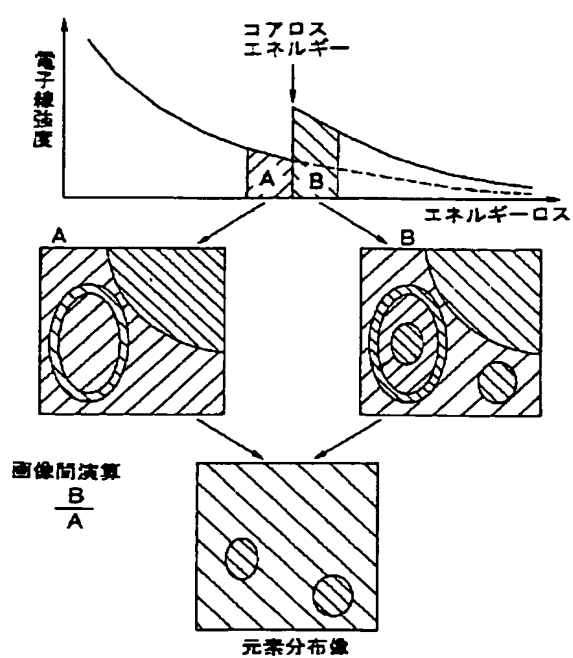
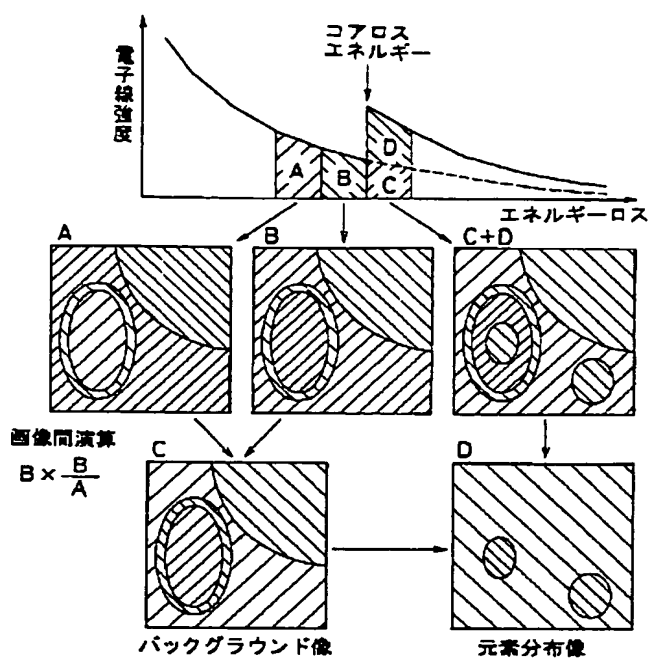
【図1】



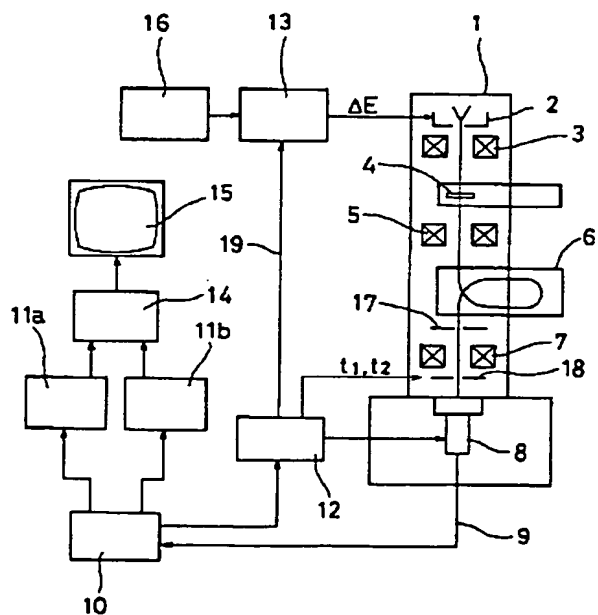
【図2】



【図 4】



【例 5】



【図6】

